

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10045812 A**(43) Date of publication of application: **17 . 02 . 98**

(51) Int. Cl. **C08F 2/10**
C08F 2/44
C08F 20/06

(21) Application number: **08202419**(22) Date of filing: **31 . 07 . 96**(71) Applicant: **SEKISUI PLASTICS CO LTD**

(72) Inventor: **YAMAI FUMITO**
IKE HISASHI
SENDA TAKASHI

(54) **PRODUCTION OF FIBER-CONTAINING WATER
 ABSORBING RESIN**

(57) Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To suppress a phenomenon such as bumping at the time of an exothermic reaction, facilitate the polymerization control and enable the efficient production of the subject resin by including prescribed staple fibers in an acrylic acid- based monomer before polymerization when carrying out the stationary polymerization.

SOLUTION: (C) Staple fibers having 1-100 μ m average

fiber diameter and 0.5-10mm length are contained in (A) an aqueous solution of an acrylic acid- based monomer to carry out the stationary polymerization when adding (B) a polymerization initiator to the component A and conducting the stationary polymerization without stirring the resultant reactional mixture. Furthermore, the component A is preferably contained in an amount of 0.1-5 pts.wt. based on 100 pts.wt. component A and, e.g. conjugated fibers such as a polyester/ polyethylene are preferably used as the component C.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-45812

(43) 公開日 平成10年(1998) 2月17日

| (51) Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|--------|--------------|--------|
| C 0 8 F 2/10 | M B C | | C 0 8 F 2/10 | M B C |
| 2/44 | M C S | | 2/44 | M C S |
| 20/06 | M L N | | 20/06 | M L N |

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平8-202419

(22) 出願日 平成8年(1996) 7月31日

(71) 出願人 000002440

積水化成成品工業株式会社

大阪市北区西天満二丁目4番4号

(72) 発明者 山井 二三人

滋賀県草津市下笠町723-2

(72) 発明者 池 寿

奈良県大和郡山市千日町10-10

(72) 発明者 千田 隆

滋賀県大津市花園町16-9

(74) 代理人 弁理士 亀井 弘勝 (外1名)

(54) 【発明の名称】 繊維含有吸水性樹脂の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 静置重合における突沸を抑えて、シートの波打ちや変形などのない吸水性樹脂を効率よく製造できる繊維含有吸水性樹脂の製造方法を提供することである。

【解決手段】 アクリル酸系モノマーの水溶液に重合開始剤を加えて、攪拌することなく静置重合を行って繊維含有吸水性樹脂を製造するにあたり、平均繊維径1~100μmで長さ0.5~10mmの短繊維を前記アクリル酸系モノマーの水溶液に含有させて静置重合する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】アクリル酸系モノマーの水溶液に重合開始剤を加えて、攪拌することなく静置重合する吸水性樹脂の製造方法において、

平均繊維径1~100 μ mで長さ0.5~10mmの短繊維を前記アクリル酸系モノマーの水溶液に含有させて静置重合することを特徴とする繊維含有吸水性樹脂の製造方法。

【請求項2】短繊維を前記モノマー100重量部に対して0.1~5重量部の割合で前記アクリル酸系モノマーの水溶液に含有させた請求項1記載の繊維含有吸水性樹脂の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、重合前に短繊維を含有させて重合することにより突沸を防ぐ繊維含有吸水性樹脂組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、衛生用品、農園芸用土壌改良剤、吸着剤等のさまざまなところで吸水性樹脂が盛んに使われるようになった。特に使い捨てオムツ、生理用ナプキンへの使用量は年々増加している。通常の吸水性樹脂は主にアクリル酸塩を重合させたものであり、その製造方法には逆相懸濁重合、静置重合等が知られている。

【0003】このうち、逆相懸濁重合は重合熱の除去が容易という利点があるものの、シクロヘキサン等の溶媒を用いるためコストがかかるという欠点がある。これに対して、静置重合は、モノマーの水溶液に重合開始剤を加え、加熱下で攪拌せずに重合を行わせるものであって、安価なコストでシート状の吸水性樹脂を製造できるが、重合熱の除去が困難であり、そのため突沸による過大な発泡、波打ち、シートの変形などが生じやすい。その結果、重合工程から乾燥工程への搬送コンベア間の受け渡しに支障をきたしたり、シートを裁断するのが困難になる。また品質的にもむらが生じてしまい好ましくない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】静置重合の急激な反応を抑制する方法としては、特開平4-175319号公報に開示の重合方法が挙げられる。この方法は、ビニル系モノマーを含む水溶液を攪拌せずに、比較的低温度で重合を行わせ、重合率が70%以上の段階で必要により重合温度を上げて重合を完結させるものである。

【0005】しかし、この方法は、比較的低温度で重合を行わせるために生産効率が低く、かつ温度管理のために複雑な設備を必要とし、しかも製造できるシートの厚みにも制限があり、さらに得られるシート状の吸水性樹脂は品質上残存モノマーが高くなるという欠点がある。本発明の目的は、静置重合における突沸を抑えて、シート

できる繊維含有吸水性樹脂の製造方法を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、アクリル酸系モノマーの水溶液に短繊維を含有させて静置重合するときは、発熱反応時にゲル相内部からの水蒸気の逸散が容易になり、前記のような突沸等の現象を抑えることができ、その結果、特別な温度管理を必要としないので、重合コントロールが容易になり、効率よく繊維含有吸水性樹脂を製造できるという新たな知見を得て、本発明を完成するに至った。

【0007】本発明の方法によって得られる繊維含有吸水性樹脂は短繊維が重合当初から添加されているので、吸水性樹脂から繊維が剥離しにくいという作用もある。また、この繊維含有吸水性樹脂は、表面から繊維が出ているため、おむつ等の吸収体内で吸水性樹脂が移動、脱落するのを阻止することができる。即ち、本発明の繊維含有吸水性樹脂の製造方法は、アクリル酸系モノマーの水溶液に重合開始剤を加えて、攪拌することなく静置重合するものであって、平均繊維径1~100 μ mで長さ0.5~10mmの短繊維を前記アクリル酸系モノマーの水溶液に含有させて静置重合することを特徴とする。

【0008】このとき、短繊維は、前記アクリル酸系モノマー100重量部に対して0.1~5重量部の割合で含有させるのが好ましい。なお、繊維含有吸水性樹脂は、特開平56-65630号公報、特公平3-45655号公報、特公平8-19609号公報に記載されているように、従来より公知であるが、これらの公報に記載の方法は、重合した吸水性樹脂と繊維とを混合するものであり、重合前から短繊維を加えて静置重合したものは知られていない。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明におけるアクリル酸系モノマーとしては、例えばアクリル酸またはメタクリル酸と、その中和物とを主成分とするものである。中和物としては、例えば(メタ)アクリル酸のナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩から選ばれる1種または2種以上が挙げられ、好ましくはナトリウム塩、カリウム塩などのアルカリ金属塩である。アクリル酸モノマーをアルカリ金属塩へ中和するときのアルカリ剤としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属の水酸化物等が挙げられる。

【0010】また、(メタ)アクリル酸以外の他のモノマーを(メタ)アクリル酸と併用してもよい。このような他のモノマーとしては、従来より吸水性樹脂の製造に用いられているものであれば、特別な制限なしに使用可能であり、例えばクロトン酸、(無水)マレイン酸、フマル酸、イタコン酸およびこれらの中和物から選ばれる1種以上の水溶性エチレン性不飽和単量体が挙げられ

る。

【0011】上記部分中和（メタ）アクリル酸の中和度は、通常、50～95モル%、好ましくは60～90モル%である。上記モノマーに架橋剤を併用することができる。このような架橋剤としては、例えばメチレンビスアクリルアミド、ポリエチレングリコールジアクリレート等の2重結合が2個以上ありかつアクリル酸系モノマーと共重合性を示すもの、エチレングリコールジグリシジルエーテル等のアクリル酸系モノマー中のカルボキシル基と反応する官能基を2個以上有する化合物等が使用可能である。

【0012】本発明における短繊維は、平均繊維径が1～100 μ m、長さが0.5～10mmの粉末繊維である。平均繊維径が1 μ m未満または繊維長が0.5mm未満では、発熱反応時にゲル相内部から水蒸気が抜けにくく突沸を起こしてしまう。一方、平均繊維径が100 μ mを超えるか、繊維長が10mmを超えると、吸水量が落ちる等の品質面に影響を及ぼす。

【0013】前記短繊維としては、例えばポリエステル／ポリエチレン、ポリエステル／酢酸ビニル共重合体等の複合繊維、ポリプロピレン等の疎水性繊維、バルブ、レーヨン等の親水性繊維等が挙げられる。本発明における短繊維の使用量は、アクリル酸系モノマー100重量部に対して0.1～5重量部が好ましい。短繊維の使用量が0.1重量部未満であると、突沸を起こすおそれがある。一方、使用量が5重量部を超えると、アクリル酸系モノマーの粘度が高くなり過ぎてモノマーの取扱いが困難になるばかりでなく、繊維がきれいに分散しなくなり好ましくない。

【0014】本発明における重合開始剤としては、一般に使用される水溶性ラジカル重合開始剤を用いることができる。このようなラジカル重合開始剤としては、例えば過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、過酸化水素、クメンハイドロパーオキシド等のハイドロパーオキシド、2,2-アゾビス-2-アミジノプロパン塩酸塩等のアゾ化合物が挙げられる。

【0015】これらのラジカル重合開始剤は1種類を単独で使用してもよいし、2種類以上を混合して使用することも可能であり、さらには亜硫酸塩、L-アスコルビン酸等の還元剤との組み合わせによるレドックス開始剤系も使用可能である。重合温度は、使用するラジカル重合開始剤の種類等によって種々変えることができるが、通常0～150℃、好ましくは10～100℃である。

【0016】重合により吸水樹脂の含水ゲル・シートが得られる。これを乾燥、粉碎、分級することにより製品が得られる。その際、本発明の方法では、重合時に多量の水蒸気を発生するためゲルシートの水分値が低く、従って乾燥工程の時間が大幅に短縮されるという利点もある。

【0017】

【実施例】

実施例1

アクリル酸ナトリウム75モル%およびアクリル酸25モル%からなる単体成分の水溶液1000g（単体成分45重量%）にN,N-メチレンビスアクリルアミド0.2gを加えて溶解後、窒素ガスを吹き込んで溶存酸素を追い出し液温を10℃とした。

【0018】次にポリプロピレン短繊維（長さ5mm、平均繊維径25 μ m）10gを単体溶液に投入し攪拌した。5分後、イオン交換水130gに過硫酸カリウム1.3g、チオ硫酸カリウム0.3gを加えた水溶液（A）を、攪拌下で単体溶液に投入し、それを70℃の温水に浸したテフロンコートのステンレスバット（370mm×470mm×50mm）中に注入した。

【0019】得られたゲルシートの厚みは約5mmであった。約5分後、発熱がピークに達し、水蒸気がゲルシートの表面から出てきたものの突沸による大きな気泡の生成やゲルシートの変形は見られなかった。得られた含水ゲルを乾燥、粉碎、分級を行って繊維含有吸水性樹脂の製品を得た。

実施例2

実施例1においてポリプロピレン短繊維の添加量を20gにしたほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、実施例1と同様に、重合開始から5分後にゲルシートの表面より水蒸気が出てきたものの突沸による大きな気泡の生成やゲルシートの変形は見られなかった。

実施例3

実施例1で使用したポリプロピレン短繊維（長さ5mm）に代えて、繊維長が2mmのポリプロピレン短繊維を使用したほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、実施例1と同様に、重合開始から5分後にゲルシートの表面より水蒸気が出てきたものの突沸による大きな気泡の生成やゲルシートの変形は見られなかった。

実施例4

実施例1で使用したポリプロピレン短繊維に代えて、ポリプロピレン／ポリエチレン複合繊維（長さ5mm、平均繊維径15 μ m）を使用したほかは、実施例1と同様の操作を行った。その結果、実施例1と同様に、重合開始から5分後にゲルシート表面より水蒸気が出てきたものの突沸による大きな気泡の生成やゲルシートの変形は見られなかった。

実施例5

実施例1で使用したポリプロピレン短繊維（平均繊維径25 μ m）に代えて、平均繊維径5 μ mのポリプロピレン短繊維を使用したほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、実施例1と同様に、重合開始から5分後にゲルシートの表面より水蒸気が出てきたものの突沸による大きな気泡の生成やゲルシートの変形は見られなかった。

比較例1

5

繊維を添加しなかったほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、重合開始から5分後に突沸が発生し、ゲルシートが部分的に裂けてしまった。

比較例2

繊維長0.1mmのポリプロピレン短繊維を使用したほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、重合開始から5分後に突沸が発生し、ゲルシートが部分的に裂けてしまった。

比較例3

ポリプロピレン短繊維に代えて、セルロース短繊維（平均繊維径0.1 μ m）を使用したほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、重合開始から5分後に突沸が発生し、ゲルシートが部分的に裂けてしまった。

比較例4

6

平均繊維径300 μ mのポリプロピレン短繊維を使用したほかは実施例1と同様の操作を行った。その結果、重合開始から5分後にゲルシート表面より水蒸気が出てきたものの突沸による大きな気泡の生成やゲルシートの変形は見られなかった。しかし、得られた吸水性樹脂は吸水量においては通常の吸水性樹脂の2/3倍量しかなかった。

【0020】

【発明の効果】本発明によれば、静置重合において、所定の短繊維を重合前にアクリル酸系モノマーに含有させることにより、発熱反応時に突沸等の現象を抑えられ、重合コントロールが容易になり、効率よく繊維含有吸水性樹脂を製造できるという効果がある。

10